



ATTORNEY DOCKET NO.: Q67398  
PATENT APPLICATION

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of

Sumio OHTANI

Appln. No.: 09/993,506

Group Art Unit: 2851

Confirmation No.: 8150

Examiner: Not yet assigned

Filed: November 27, 2001

For: FILTER CARTRIDGE AND FILTRATION METHOD USING THE SAME

RECEIVED  
MAY 01 2002  
10 1700

**SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENT**

Commissioner for Patents  
Washington, D.C. 20231

Sir:

Submitted herewith is a certified copy of the priority document on which a claim to priority was made under 35 U.S.C. § 119. The Examiner is respectfully requested to acknowledge receipt of said priority document.

Respectfully submitted,

SUGHRUE MION, PLLC  
2100 Pennsylvania Avenue, N.W.  
Washington, D.C. 20037-3213  
Telephone: (202) 293-7060  
Facsimile: (202) 293-7860

*John Callahan Reg. No. 32,197*  
for Mark Boland  
Registration No. 32,197

Enclosures: Japanese Patent Application No. 2000-363091

Date: April 25, 2002

RECEIVED  
APR 26 2002  
TECHNOLOGY CENTER 2800



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日  
Date of Application:

2000年11月29日

出 願 番 号  
Application Number:

特願2000-363091

[ST.10/C]:

[JP2000-363091]

出 願 人  
Applicant(s):

富士写真フイルム株式会社

RECEIVED  
MAY 01 2002  
IC 1700

2002年 1月11日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造

出証番号 出証特2001-3113150

【書類名】 特許願

【整理番号】 P-36336

【提出日】 平成12年11月29日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B01D 27/04  
B01D 71/68

【発明者】

    【住所又は居所】 神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地 富士写真フイルム株式会社内

    【氏名】 大谷 純生

【特許出願人】

    【識別番号】 000005201

    【氏名又は名称】 富士写真フイルム株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100105647

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 小栗 昌平

    【電話番号】 03-5561-3990

【選任した代理人】

    【識別番号】 100105474

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 本多 弘徳

    【電話番号】 03-5561-3990

【選任した代理人】

    【識別番号】 100108589

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 市川 利光

    【電話番号】 03-5561-3990

【選任した代理人】

【識別番号】 100115107

【弁理士】

【氏名又は名称】 高松 猛

【電話番号】 03-5561-3990

【選任した代理人】

【識別番号】 100090343

【弁理士】

【氏名又は名称】 栗宇 百合子

【電話番号】 03-5561-3990

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 092740

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0003489

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 フィルターカートリッジ及びろ過方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 フィルターカートリッジを構成する微孔性ろ過膜、膜サポート、コア、外周カバー及びエンドプレートのすべての部材がポリエーテルスルホンで構成される精密ろ過フィルターカートリッジにおいて、該フィルターカートリッジをペレットに再生した時そのペレットの還元粘度が 0.36 以上 0.45 未満の間にあることを特徴とする精密ろ過フィルターカートリッジ。

【請求項 2】 少なくとも該部材の 1 つが熱溶融成型され、その後アニール処理されていることを特徴とする請求項 1 記載の精密ろ過フィルターカートリッジ。

【請求項 3】 カートリッジ組立て後、稀酸洗浄と 50℃ 以上 100℃ 以下の熱超純水洗浄を行うことを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の精密ろ過フィルターカートリッジ。

【請求項 4】 半導体集積回路製造のウエハー洗浄工程におけるウエハー洗浄液のろ過方法において、請求項 1、2 または 3 記載の精密ろ過フィルターカートリッジを用い、かつアルコールによる予備親水処理を行うことなく、洗浄薬液のろ過を開始することを特徴とする半導体集積回路用ウエハー洗浄液のろ過方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は微孔性ろ過膜を使用したカートリッジフィルターに関する。更に詳しくは、本発明は、耐薬品性に優れ環境適性のある親水性微孔性精密ろ過膜を使用したカートリッジフィルターに関する。

【0002】

【従来の技術】

近年半導体の製造においては、有機溶剤、酸、アルカリ及び酸化剤といった薬液に対する耐性が強く溶出物の少ないろ過用フィルターが求められるようになっ

ている。現在このような薬液のろ過には、ポリテトラフルオロエチレン（P T F E）を素材とする微孔性精密ろ過膜を使用し、その他のフィルター構成部材にはパーフルオロアルコキシ樹脂（P F A）を用いたろ過用フィルターが使用されている。しかるにこのオール弗素フィルターカートリッジにおいては、P T F E製ろ過膜の疎水性が極めて強く、ろ過の始めにイソプロパノールなどのアルコールで湿潤しておいても、僅かの気泡の混入でエアロックをおこしてろ過不能となり、ろ過安定性に欠けるという問題点がある。また湿潤処理後薬液ろ過開始にあたって、アルコールと薬液との混合液が大量に廃棄物となってしまう。更に使用済みフィルターカートリッジはP T F EとP F Aの異種材料を熱溶着で一体化しているため、溶融してペレットに再生することができない。また焼却処理を行うと有毒ガスを発生するなどの問題点があるため、オール弗素フィルター廃棄処理は埋立てしか方法がないという、環境上の大きな問題がある。

しかし、上記構成要素の全てがポリエーテルスルホンでできているフィルターカートリッジにおいては、まだ次のような問題がある。即ち、ポリエーテルスルホンには分子量の異なる多種のグレードがあり、フィルターカートリッジ構成要素毎に使用する分子量グレードが異なっている。分子量グレードの相違によって溶融時の流動性が大きく変化し、再生ペレットの再使用に障害を生じることが分かった。

#### 【 0 0 0 3 】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、上記従来状況に鑑み、優れた耐薬品性、ろ過安定性及び廃液の減少の特長は勿論のこと、使用済みフィルターをペレットに再生してフィルターの射出成型部材として再使用可能な精密ろ過フィルターカートリッジと、その製造方法を提供することである。

#### 【 0 0 0 4 】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明は下記（１）～（４）により達成された。

- （１） フィルターカートリッジを構成する微孔性ろ過膜、膜サポート、コア、外周カバー及びエンドプレートのすべての部材がポリエーテルスルホンで構成

される精密ろ過フィルターカートリッジにおいて、該フィルターカートリッジをペレットに再生した時そのペレットの還元粘度が0.36以上0.45未満の間にあることを特徴とする精密ろ過フィルターカートリッジ。

(2) 少なくとも該部材の1つが熱溶融成型され、その後アニール処理されていることを特徴とする上記(1)記載の精密ろ過フィルターカートリッジ。

(3) カートリッジ組立て後、稀酸洗浄と50℃以上100℃以下の熱超純水洗浄を行うことを特徴とする上記(1)又は(2)記載の精密ろ過フィルターカートリッジ。

(4) 半導体集積回路製造のウエハー洗浄工程におけるウエハー洗浄液のろ過方法において、上記(1)、(2)または(3)記載の精密ろ過フィルターカートリッジを用い、かつアルコールによる予備親水化処理を行うことなく、洗浄薬液のろ過を開始することを特徴とする半導体集積回路用ウエハー洗浄液のろ過方法。

#### 【0005】

##### 【発明の実施の形態】

一般に、フィルターカートリッジにはろ過膜とろ過膜を保護する膜サポートをブリーツ状に折り束ねた構造のブリーツカートリッジと、複数個の平板型ろ過ユニットを積層してなる平板積層カートリッジが知られている。ブリーツカートリッジの構造についてはその例がたとえば特開平4-235722号公報や同10-66842号公報などに開示されている。平板積層カートリッジの構造についてはたとえば特開昭63-80815号、特開昭56-129016号及び同58-98111号などの各公報に記載されている。本発明の目的にはこのどちらタイプのフィルターカートリッジも使用可能である。

#### 【0006】

以下に、ブリーツカートリッジを例にしてその構造を詳しく説明する。図1は一般的なブリーツ型精密ろ過膜カートリッジフィルターの全体構造を示す展開図である。精密ろ過膜3は2枚の膜サポート2、膜サポート4によってサンドイッチされた状態でひだ折りされ、集液口を多数有するコア5の廻りに巻き付けられている。その外側には外周カバー1があり、精密ろ過膜を保護している。円筒



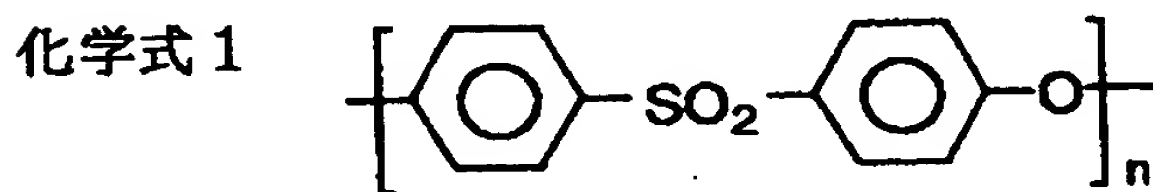
の両端にはエンドプレート 6 a、エンドプレート 6 b により、精密ろ過膜がシールされている。エンドプレートはガスケット 7 を介してフィルターハウジング（図示なし）のシール部と接する。一つのエンドプレート部に O リングが設けられ、O リングを介してフィルターハウジングと接するタイプのものもある。ガスケットあるいは O リングは、フィルター廃却の際に容易に脱着できる。ろ過された液体はコアの集液口から集められ、流体出口 8 から排出される。液体出口が円筒の両端に設けられたタイプのものと、液体出口が片方のみに設けられ片端はふさがれているタイプのものがある。

## 【 0 0 0 7 】

本発明ではガスケット及び O リングを除く全部材に、一般的にポリエーテルスルホンと呼ばれている下記化学式 1 に示す化学構造のポリマーを使用する。ポリエーテルスルホンは耐熱性が高く且つ耐薬品性に優れていることは従来から知られていた。しかし半導体製造で使用する熱濃硫酸や濃磷酸の如き酸化性の特に強烈な熱酸には耐えず、それ故に半導体製造工程では従来オール弗素フィルターが使用されてきた。本発明者はポリエーテルスルホンが熱塩酸、熱アンモニア、弗酸及び熱イソプロパノールの如き半導体集積回路用ウエハーの洗浄薬品のろ過に耐えることを発見し、本発明に至った。ポリエーテルスルホンはスミカエクセル P E S の名称で住友化学より販売されている。

## 【 0 0 0 8 】

## 【 化 1 】



## 【 0 0 0 9 】

スミカエクセル P E S には平均分子量の違いによって各種グレードがある。各グレードはその平均的な還元粘度によって 3 6 0 0 G（還元粘度 0. 3 6）、4 1 0 0 G（還元粘度 0. 4 1）、4 8 0 0 G（還元粘度 0. 4 8）、5 2 0 0 G（還元粘度 0. 5 2）などの品番がつけられている。還元粘度は 1（w/v）%



ポリエーテルスルホンのジメチルホルムアミド溶液粘度（測定温度：25℃）より算出され、分子量の目安に使用されている。還元粘度値の大きいもの程分子量が大きく、その溶融物の流動性は低いが強度的には強靱になる。

## 【0010】

精密ろ過膜3には一般的には高分子量の従って0.48以上の高還元粘度のポリエーテルスルホンを使用する。特に0.50以上の高還元粘度のポリエーテルスルホンが好ましいとされている。粘度の小さなポリエーテルスルホンは微孔性ろ過膜製造に際して、指型と呼ばれる粗大孔が形成しやすくなり、従って孔径の制御が難しい。ひどい場合はピンホールを発生してろ過に使用できなくなる。使用するポリエーテルスルホンの還元粘度は大きいほどよいとされているが、中程度の還元粘度のものでも、製膜溶液にする時に粘性の大きな溶剤を選択して使用したり、粘度が大きくなる添加剤を選択して組み合わせることにより、指型の発生しない微孔性ろ過膜を作成することは不可能ではない。従って本発明の精密ろ過膜に好ましいポリエーテルスルホンの還元粘度は0.41から0.50である。特に好ましくは0.41から0.45である。低還元粘度のポリエーテルスルホンを使用して精密ろ過膜を製膜する一例を実施例1に示す。ポリエーテルスルホンを材料とする親水性の微孔性精密ろ過膜の製法は、特開昭56-154051号、特開昭56-86941号、特開昭56-12640号、特開昭62-27006号、特開昭62-258707号、特開昭63-141610号の各公報などに詳しく記載されている。

## 【0011】

ろ過膜の孔径は通常0.02  $\mu\text{m}$ から5  $\mu\text{m}$ であるが、半導体製造用途では0.02  $\mu\text{m}$ から0.45  $\mu\text{m}$ のものが好ましく使用され、特に高集積IC製造においては表示孔径0.02  $\mu\text{m}$ から0.2  $\mu\text{m}$ のものが好ましい。このような膜の特性はASTM F316の方法で測定した水バブルポイント値で表すと0.3MPa以上となり、エタノールバブルポイントでは0.1から1MPaと表せる。特に好ましくはエタノールバブルポイントで0.3から0.7MPaである。膜はみかけの体積に対する孔の割合が多い方がろ過抵抗が少なくて好ましい。一方あまり孔が多いと膜強度が低下して壊れやすくなる。従って従来は好ましい

ろ過膜の空隙率は40%から90%であり、特に好ましいのは57%から85%とされてきた。また膜厚さは、厚すぎるとカートリッジに組込める膜面積が減少し、一方薄い膜強度が低下するため、好ましい膜厚さは80 $\mu$ mから160 $\mu$ mとされてきた。本発明においても従来の好ましい範囲の中で使用するが、使用済フィルターをペレットに再生使用するためには、高還元粘度のポリエーテルスルホン使用量は少ないほど好ましい。従って本発明では特に好ましい空隙率は75から85%であり、特に好ましい厚さは80から120 $\mu$ mである。高還元粘度のポリエーテルスルホンを精密ろ過膜原料に用い、空隙率を大きくし、膜厚を薄くした一例を実施例2に示す。

#### 【0012】

精密ろ過膜3は膜サポート2、膜サポート4の間に挟んで、通常公知の方法でひだ折り加工される。膜サポート2、膜サポート4としては不織布、織布、ネットなどが使用される。膜サポートの役割は、ろ過圧変動に対してろ過膜を補強する役割と同時に、ひだの奥に液を導入する役割も担っている。従って適度な通液性とろ過膜よりも十分に高い物理強度を有している必要がある。このような機能を有するシート材料であれば何でも使用可能である。本発明で使用可能な膜サポートとしては上記一般的な機能の他に耐熱性と耐薬品性が兼ね備わりかつ比較的安価な材料である必要がある。従って使用可能な素材は限定される。また本発明の目的の一つである使用済フィルターカートリッジをペレットに再生して再利用するために、サポート材の材料はポリエーテルスルホンであることが不可欠である。膜サポートの厚さはスクリーマイクロメーターで測定した時50から600 $\mu$ mであることが好ましい。不織布や織布では目付けが20 $g/m^2$ から100 $g/m^2$ であることが従来は好ましいとされてきた。薄すぎると強度が不足し、厚すぎるとカートリッジに収容可能なろ過膜の必要面積を確保できないためである。本発明においても従来の好ましい範囲の中で使用するが、使用済フィルターをペレットに再生使用するためには、特にコアー・外周カバーやエンドプレートに使用するポリエーテルスルホンよりも小さな還元粘度グレードを使用する場合は、特に好ましい範囲は厚さで80から180 $\mu$ m、目付けで20から35 $g/m^2$ である。

## 【 0 0 1 3 】

ネットは直径  $50\mu\text{m}$  から  $300\mu\text{m}$  のモノフィラメントを紡糸し、これを編むことによってできる。ネットに使用するモノフィラメントは不織布用糸にくらべて太くて強いので、比較的容易に紡糸できる。糸径は細い方が出来あがりのネットが薄くなり、プリーツ加工しやすい。一方細いと紡糸が難しくなり、また出来あがったネットの強度も低下する。従って従来好ましいフィラメント径は  $60$  から  $200\mu\text{m}$  であり、本発明では特に  $60$  から  $100\mu\text{m}$  である。目の開きは、開きすぎるとネットが小さな力で変形しやすくなるので、プリーツが難しくなる。一方目が狭いと液体の透過性が悪くなり、できたフィルターカートリッジの流量が少なくなる。従って目の開きは  $50$  から  $300$  メッシュが従来から好ましいとされ、本発明では  $50$  から  $120$  メッシュが軽くなるので特に好ましい。不織布やネットに使用するポリエーテルスルホンの好ましい還元粘度は  $0.45$  未満である。低粘度のポリエーテルスルホンは流動性が高いので生産性に優れるという利点もある。本発明のサポート材に不織布やネットを使用する時は、コア・外周カバーやエンドプレートに使用するポリエーテルスルホン同じ還元粘度グレードのものを使用すると特に好ましい。

## 【 0 0 1 4 】

ひだ折り加工されたろ材は両端部をそろえるためにカッターナイフ等で両端部の不揃いを切り落とし、円筒状に丸めてその合わせ目のひだをヒートシールあるいは接着剤を用いて液密にシールする。接着シールは精密ろ過膜と膜サポート計  $6$  層を合わせて行うこともあれば、サポート  $2$  あるいは  $4$  を除外してろ過膜同士が直接重なるように接着シールすることもある。ひだの合わせ目に熱可塑性シートを挟んでヒートシールしてもよい。ここで使用する接着剤や熱可塑性シートにもポリエーテルスルホンを使用する。接着剤は、例えばポリエーテルスルホン  $10$  部を塩化メチレン  $30$  部、ジエチレングリコール  $20$  部の混合溶液に溶解し、ジエチレングリコール  $140$  部を徐々に添加混合する。溶剤は接着後加熱揮発させてフィルターカートリッジ中に残さない。

## 【 0 0 1 5 】

このようにしてできた円筒状ろ材の内側にコア  $5$  を挿入し、外周カバー  $1$  を

かぶせたものをプリーツ体という。エンドプレート 6 にプリーツ体の両端部を液密に接着シールするエンドシール工程は熱溶融による方法と、溶剤接着による方法とに大きく分けられる。熱溶融法ではエンドプレートのシール面のみを熱板に接触させたりあるいは赤外線ヒーターを照射して表面だけを加熱溶解し、プリーツ体の片端面をプレートの溶解面に押し付けて接着シールする。

溶剤接着法の場合は溶剤の選定が重要である。通常はろ過膜を溶解しないあるいはろ過膜に対する溶解性が低く、且つエンドプレートに対しては溶解性のある溶剤を選ぶ。溶剤は単独化学種であってもよく混合溶剤であってもよい。2 種以上の溶剤を混合する時は、少なくとも沸点の高い方の溶剤はろ過膜に対して溶解性を有しないものを選択する。溶剤接着剤にポリエーテルスルホンを 1 % から 7 % 程度溶解させておくとなおよい。

#### 【 0 0 1 6 】

コアー 5、外周カバー 1 及びエンドプレート 6 に使用する材料も耐熱性と耐薬品性を備えている必要があり、かつペレットに再生できる材料でなければならない。従ってポリエーテルスルホンを用いる。すべての材料をポリエーテルスルホンで統一すると耐薬品性の幅が広くなりかつ接着シール性がよくなる点でも好ましい。エンドプレートは生産性の観点から主に射出成型したものが使用される。一般的に、射出成型には生産性の観点から流動性の高い低還元粘度ないし中還元粘度のポリエーテルスルホンが好ましく使用される。従って好ましい還元粘度は 0. 3 6 から 0. 4 5 未満である。全ての構成材料に還元粘度が 0. 4 1 から 0. 4 5 未満の間のポリエーテルスルホンを使いこなせることができれば理想的である。

上記理想のようにいかない場合は、ガスケット及びオーリングを除くフィルターカートリッジ全体に占めるコアー、外周カバー、及びエンドプレートを合わせた重量割合は 8 0 % 以上が好ましい。射出成型でつくるコアー、外周カバー、及びエンドプレートを合わせた重量割合が多いほど、使用済フィルターカートリッジから再生したペレットの還元粘度は射出成型部材の原料と同じあるいは近い還元粘度になり、再びコアー、外周カバー、及びエンドプレートの成型に使用することが可能になる。精密ろ過膜に使用するポリエーテルスルホンの還元粘度が 0

45 以上の場合は、フィルターカートリッジの重量に占める精密ろ過膜重量を 10% 以下にしなければならない。好ましくは 7.5% 以下に抑える。

#### 【0017】

熱溶融成型でつくられたエンドプレートは熱溶融成型時の残留歪のために、有機溶剤との接触で微小なクラックを生じやすい。特に溶剤接着剤を用いて溶着シールを行う時は激しいクラックを生じることもある。時には熱溶融シールを行っても小さなクラックを生じることがある。従って好ましくは溶着シール前にエンドプレートの熱歪をアニール処理によって除去する必要がある。溶剤接着剤を用いてシールする場合はシール前にアニール処理を行わないと必ず微小クラックが発生するので、シール前アニールは必須である。エンドプレートの残留歪が比較的少なく且つ熱溶融シールを採用する場合は、溶着シール前にアニール処理せずともクラックの発生は少ない。しかし熱溶融シールの場合は、エンドプレートに吸着している水が熱で発泡し、エンドプレートの表面及び内部に小さな泡が多数生じる。ひどい場合はろ過膜とエンドプレートとの間に隙間を生じ、ろ過時粒子漏れを引き起こす原因になる。フィルターカートリッジ製造工程中にアニール処理を全く行わないと、高温のイソプロパノールろ過を行うときにエンドプレートに微小クラックを生じ、このクラックから液が漏れる。

以下アニールの条件について述べる。アニール温度は 140℃ から 200℃ の温度が好ましい。160℃ から 180℃ の間が特に好ましい。処理時間はアニール温度により異なり 2 時間以上が必要であるが、4 時間以上が好ましい。180℃ でアニールする時は 5 時間以上行くと完璧であり特に好ましい。

エンドプレート以外の熱溶融成型部材もエンドプレートと同様のアニール処理することは必須ではないが、好ましいことは言うまでもない。

#### 【0018】

再生したポリエーテルスルホンペレットはフィルターカートリッジの各部材に混入できる。混入することが好ましい部材はコア、外周カバー、エンドプレート及びネットであり、特に好ましい部材はコアと外周カバーである。そのときの非再生ポリエーテルスルホン混入量は 10% 以上 80% 以下、好ましくは 30% 以上 60% 以下である。また、フィルターカートリッジの全重量に対する非再



生ポリエーテルスルホン混入量は20%以上90%以下、好ましくは40%以上70%以下である。

このような再生ポリエーテルスルホンを使用しても成型性には大きな変化はなく、できた成型部材の物性や強度もほとんど変化しなかった。

#### 【0019】

このようにしてできたフィルターカートリッジは、ポリスルホン系ポリマーが不純物として有しているナトリウムやカルシウムなどの微量の金属イオンや有機物、フィルターカートリッジ組立て工程で付着した金属微粉や有機物汚染を完璧に除去するために、洗浄処理しなければならない。本発明者らは鋭意検討の結果安価で効率的且つ効果の高い金属イオン及び有機物汚染の洗浄方法を発見した。以下詳細にその方法を述べる。

最初に行う希酸浸漬は複数のフィルターカートリッジを網籠に入れ、籠ごと希酸で満たされた液中に浸漬し、振動を与えながら約2時間以上最大約10時間まで処理する。振動はフィルターカートリッジの完全性を損なわない程度であればどんな方法でもよいが、液を攪拌することによる方法、籠を上下あるいは水平方向に動かす方法、超音波振動を付与する方法、いったん籠を液面よりも上に上昇して液切りした後再び液に浸漬する方法などがある。強い超音波を10分以上付与するとフィルターの完全性が損なわれるので、超音波の強度は十分に検討をした上で決めなければならない。処理時間や振動の方法・程度はフィルターカートリッジの汚れの程度によって変わるの言うまでもない。洗浄効果を測定して必要十分な条件を選ばねばならない。

#### 【0020】

使用する酸で好ましいのは、塩酸、臭酸の如きハロゲン化水素類、酢酸、蔞酸の如き有機カルボン酸類、硝酸及び硫酸である。超純水洗浄やその後の乾燥でフィルターに残りにくいハロゲン化水素類が好ましく、その中でも一般的な塩酸が特に好ましく使用される。酸の濃度は0.1 (mol/L) から5 (mol/L) までの希薄な酸が好ましく使用される。酸濃度が希薄すぎると洗浄能力が劣り、濃すぎると後工程の超純水リンス洗浄の負担が不必要に大きくなって非効率である。特に0.5規定 (mol/L) から2規定 (mol/L) までの濃

度の酸が好ましく使用される。液温は高い方が効果的であるが、一方装置の腐食がおりやすく却って装置の腐食に伴う汚染がフィルターカートリッジに付着する危険もある。また高温ではハロゲン化水素ガスの発生も起こりやすく、環境管理も難しくなる。従って液温は20℃から40℃の範囲が好ましい。フィルターカートリッジの汚染が甚だしい場合は、途中で希酸液を新鮮な液に入れ替えることが好ましい。

所定時間の酸洗浄が終了すると籠ごとフィルターを液面上に引き上げ、数分間放置することにより液切りを行う。引き続いて籠ごと超純水槽中にフィルターカートリッジを浸漬し、振動を付与する。付与する振動は前工程と同じである。超純水の水温も前工程と同じが好ましい。5分から20分間超純水中に浸漬した後、フィルターを籠ごと引き上げ、槽中の超純水を新規の超純水に入れ替えて再びフィルターを超純水中に浸漬する。このような超純水浸漬を2回から4回繰り返す。リンスにより酸濃度が低下して装置腐食の心配がなくなるので、最後にフィルターを浸漬する超純水の温度は40℃以上80℃以下の高温にすることが好ましい。

#### 【 0 0 2 1 】

次いでフィルターカートリッジをろ過器ハウジングに一本ずつセットし、超純水を通水ろ過しながら洗浄を続ける。フィルターカートリッジの液排出口は上部方向を向いていると、洗浄水がフィルターカートリッジの上部も下部もどこをとってもほぼ同じ流量で透過するので好ましい。フィルターカートリッジを透過した超純水の比抵抗値が原水と同じ理論超純水レベルに到達するまで通水を続ける。ここで洗浄を効率的にするために、通水初期は熱水超純水を用いる。10インチフィルターカートリッジ一本当たりの通水流量は毎分2リットルから10リットルが好ましい。毎分10リットル以上の流量で通水しても洗浄効果は変わらず、熱水超純水のコストが高くつくだけで非効率である。熱水の温度は50℃以上、水温が高ければ高いほど洗浄効果が高い。しかし100℃を超えると沸騰の制御が難しく、好ましくない。85℃前後の温度が最も扱いやすく且つ効果的である。通常熱水通水を30分から60分間行い、冷水超純水に切り替えて流量毎分5リットルから10リットルで、ろ液の比抵抗値が理論超純水レベルになるまで



通水を続ける。通常 1 0 分から 3 0 分の通水で終了可能になる。

#### 【 0 0 2 2 】

このように作られたフィルターカートリッジは半導体製造工場のクリーンな環境下で洗浄装置に組み込まれたフィルターハウジングに装着する。薬液をポンプでゆっくりとろ過ハウジングに送りながら、フィルターハウジング一次側の空気を抜き、空気抜き口から薬液が漏れ始めたら空気抜き口を閉じ、薬液のろ過を始める。最初暫くはろ過した薬液を薬液供給タンクに戻して循環ろ過する。こうして間違えて混入したごみをフィルターで捕集し、系内をきれいにする。その後は普通にウエハの洗浄作業を行う。薬液を通液するに先立って、超純水を暫く通液して系内を洗浄することもある。この場合薬液のろ過を始める時初流の 0. 5 リットルないし 2 リットルを廃液する必要がある。好ましくは前者のように最初から薬液を通液する。

長期間にわたってろ過を継続する時は、長い間にフィルターハウジング一次側に空気がたまることがある。この時は空気抜き口を少し開けて空気を除去する。ポリエーテルスルホンフィルターの場合は、少々空気がたまっても、PTFE フィルターのようにたまった空気でもろ過膜が疎水化されて洗浄薬液をろ過できなくなることはない。従って使用途中にアルコールで再濡らし作業をすることがないので、余計な廃液が生じることはない。

#### 【 0 0 2 3 】

フィルターの定期交換を行う時は、フィルターハウジングを含む洗浄装置系内のすべての薬液を液抜き口から抜いた後、超純水を通水してフィルターカートリッジ内に残る洗浄液残査を洗い出す。そしてクリーンな環境下でフィルターカートリッジをハウジングから取り出す。取り出したフィルターカートリッジは水きりをした後回収し集め、Ｏーリングあるいはガスケットを脱着し、乾燥した後溶融してペレットに再生する。燃料として再使用することもできる。

#### 【 0 0 2 4 】

##### 【実施例】

以下に実施例を挙げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこの実施例に限定されるものではない。

## 実施例 1

ポリエーテルスルホン（住友化学製スミライト P E S 4 1 0 0 G : 還元粘度 0 . 4 1） 1 4 部、ポリビニルピロリドン（和光純薬製 K - 3 0） 2 4 部、ポリエチレングリコール 4 0 0（和光純薬製） 2 0 部、Nメチル 2 ピロリドン 4 0 部および水 7 部よりなる製膜溶液を調整する。これを平膜状に流延し、露点 2 0 °C の空気に 8 秒間接触させた後、4 °C の水中に浸漬して微孔性ろ過膜を作成した。できた膜のエタノールバブルポイントは 3 5 0 k P a、膜厚さは 1 4 0  $\mu$  m、空隙率は 8 0 % であった。この膜をフィラメント径 1 0 0  $\mu$  m、6 0 メッシュのネット 2 枚にはさんでプリーツ状に折った。折目の間隔は 1 2 m m、膜幅は 2 3 0 m m で、2 0 0 山で切り取り、両端を重ねてヒートシールして、中空円筒状にした。この中空部にコアを、外側に外周カバーをかぶせてプリーツ体を形成した。ネットに使用したポリエーテルスルホンは住友化学製スミカエクセル 4 1 0 0 G（還元粘度 0 . 4 1）である。

エンドプレートの表面に赤外線ヒーターを照射し、エンドプレートの表面を約 3 5 0 °C に熱して溶かし、これに十分に予熱したプリーツ体の端部を押しつけて接着シールする。プリーツ体の反対側も同様にエンドプレートを溶着シールして、フィルターカートリッジを完成する。外周カバー、コア及びエンドプレートはスミカエクセル 4 1 0 0 G（還元粘度 0 . 4 1）を使って射出成型で作り、溶着シール直前にエンドプレートとプリーツ体は 1 8 0 °C で 5 時間アニール処理した。完全性を測定した後、できたフィルターカートリッジを 5 % 塩酸中に 4 時間浸漬し、次いで超純水中に浸漬し、更にフィルターハウジングに装填して 8 0 °C の熱水を 2 0 分間通水し、超純水を通水して塩酸を除去する。水きりの後クリーオーブンで 6 5 °C で 1 2 時間乾燥する。

このようにしてできたフィルターカートリッジを溶融して再生ペレットを作成し、その還元粘度を測定すると 0 . 3 8 で、コアや外周カバーなどの射出成型部材の原料として再利用可能であった。

【 0 0 2 5 】

## 実施例 2

ポリエーテルスルホン（住友化学製スミライト P E S 4 8 0 0 G : 還元粘度 0

、 4 8 ) 1 4 部、ポリビニルピロリドン (和光純薬製 K - 3 0 ) 1 6 部、Nメチル 2 ピロリドン 6 3 部および水 7 部よりなる製膜溶液を調整する。これを平膜状に流延し、露点 2 0 °C の空気に 8 秒間接触させた後、4 °C の水中に浸漬して微孔性ろ過膜を作成した。できた膜のエタノールバブルポイントは 3 5 0 k P a、膜厚さは 1 1 0 μ m、空隙率は 8 2 % であった。この膜をフィラメント径 1 0 0 μ m、6 0 メッシュのネット 2 枚にはさんでプリーツ状に折った。折目の間隔は 1 0 . 5 m m、膜幅は 2 1 0 m m で、2 0 0 山で切り取り、両端を重ねてヒートシールして、中空円筒状にした。この中空部にコアを、外側に外周カバーをかぶせてプリーツ体を形成した。ネットに使用したポリエーテルスルホン は住友化学製 スミカエクセル 4 1 0 0 G (還元粘度 0 . 4 1 ) である。

エンドプレートの表面に赤外線ヒーターを照射し、エンドプレートの表面を約 3 5 0 °C に熱して溶かし、これに十分に予熱したプリーツ体の端部を押しつけて接着シールする。プリーツ体の反対側も同様にエンドプレートを溶着シールして、フィルターカートリッジを完成する。外周カバー、コア及びエンドプレートはスミカエクセル 4 1 0 0 G (還元粘度 0 . 4 1 ) を使って射出成型で作り、溶着シール直前にエンドプレートとプリーツ体は 1 8 0 °C で 5 時間アニール処理した。完全性を測定した後、できたフィルターカートリッジを 5 % 塩酸中に 4 時間浸漬し、次いで超純水中に浸漬し、更にフィルターハウジングに装填して 8 0 °C の熱水を 2 0 分間通水し、超純水を通水して塩酸を除去する。水きりの後クリーオーブンで 6 5 °C 1 2 時間乾燥する。

このようにしてできたフィルターカートリッジを溶融して再生ペレットを作成し、その還元粘度を測定すると 0 . 4 0 で、コアや外周カバーなどの射出成型部材の原料として再利用可能であった。使用した膜の重量は 2 2 g、ネットの重量は 4 8 g、そのほかの成型部材を合わせた重量は 2 8 8 g であった。

【 0 0 2 6 】

【発明の効果】

本発明の精密ろ過フィルターカートリッジは、半導体製造工程のウエハ洗浄薬液ろ過に使用するとき、初期廃液はほとんど発生せず、使用中にエンドプレートにクラックを発生せず、かつ使用済みのフィルターカートリッジはペレットに再

生して再利用ができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 一般的なブリーツ型フィルターカートリッジの構造を表す展開図

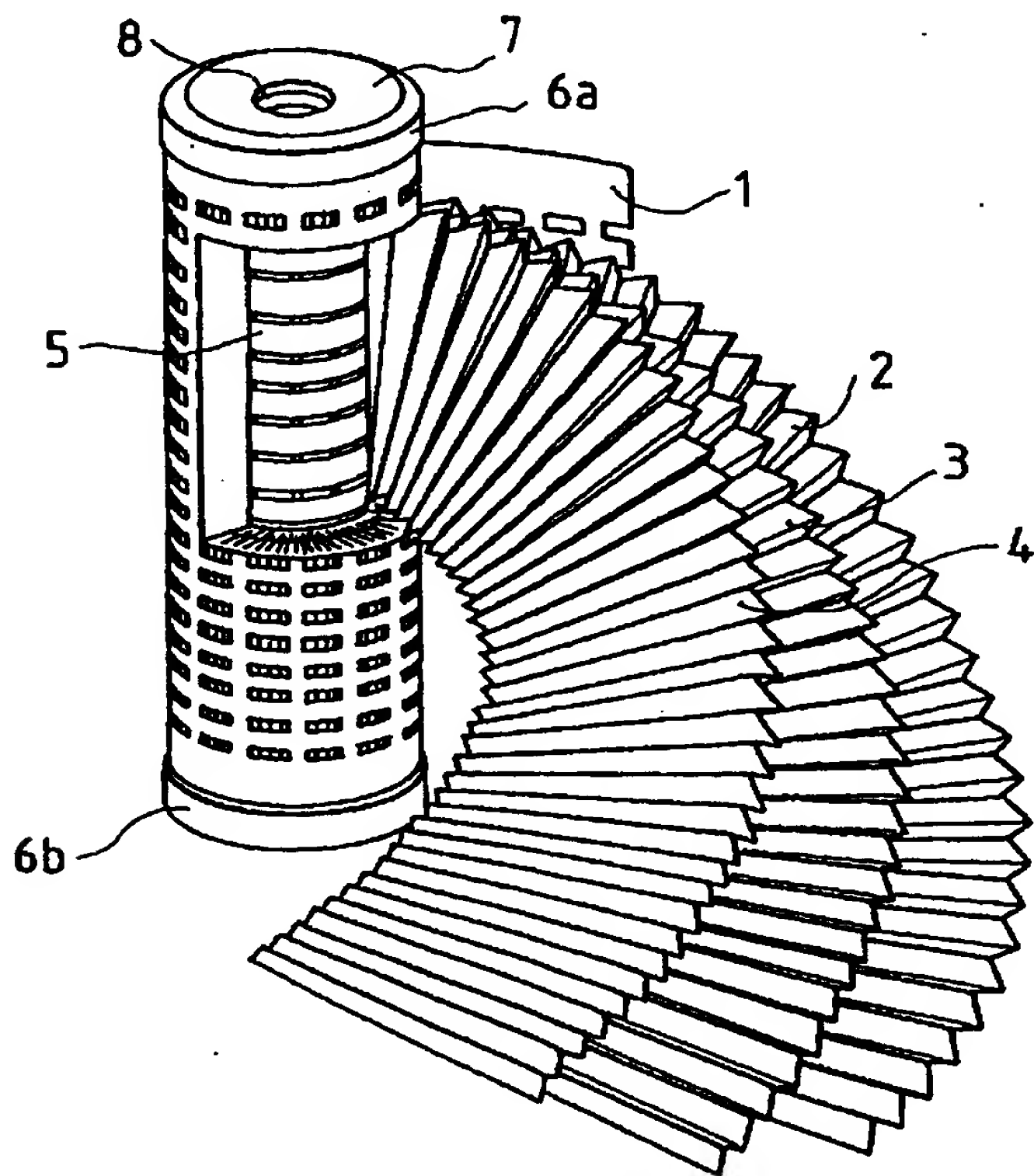
。

【符号の説明】

1. 外周カバー
2. 膜サポート
3. 精密ろ過膜
4. 膜サポート
5. コア
- 6 a、6 b. エンドプレート
7. ガスケット
8. 液体出口

【書類名】 図面

【図1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 耐薬品性に優れ、環境適性のある親水性微孔性精密ろ過膜を使用したフィルターカートリッジと、そのろ過方法を提供することである。

【解決手段】 微孔性ろ過膜、膜サポート、コアー、外周カバー及びエンドプレートすべての部材がポリエーテルスルホンで構成される精密ろ過フィルターカートリッジにおいて、該フィルターカートリッジをペレットに再生した時前記ペレットの還元粘度が0.36以上0.45未満の間にある精密ろ過フィルターカートリッジおよびそれによるろ過方法。

【選択図】 選択図なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 0 0 5 2 0 1 ]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 1 4 日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地  
氏 名 富士写真フイルム株式会社